SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6989.33-2005

Air dan air limbah – Bagian 33 : Cara uji kadar perak (Ag) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

ICS 13.060.01

Badan Standardisasi Nasional

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Daftar isi

Daftar isi i

Prakata ii

1 Ruang lingkup 1

2 Istilah dan definisi 1

3 Cara uji 2

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 3

5 Rekomendasi 3

Lampiran A Pelaporan 5

Bibliografi 6

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang dan revisi dari SNI 19-1668-1989, *Cara uji kadar perak dalam air dan air buangan.* SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater,* 20 th Edition, editor L. S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC. (1998). SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 3 – 4 November 2004 di Depok.

Dengan ditetapkannya SNI 06-6989.33-2005 ini, maka penerapan SNI 19-1668-1989 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Air dan air limbah – Bagian 33: Cara uji kadar perak (Ag) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk menentukan kadar perak dalam air dan air limbah secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-nyala pada kisaran kadar 0,1 mg/L sampai dengan 4,0 mg/L pada panjang gelombang 328,1 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1
perak terlarut
perak dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm

2.2
perak total
banyaknya perak yang terlarut dan tersuspensi dalam air

2.3
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

2.4
larutan induk perak
larutan yang mempunyai kadar perak 1000 mg/L, yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.5
larutan baku perak
larutan induk perak yang diencerkan dengan larutan pengencer sampai kadar tertentu

2.6
larutan kerja perak
Larutan baku perak yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.7
larutan blanko
air suling yang diasamkan atau perlakuannya sama dengan contoh uji

2.8
larutan pengencer
larutan yang digunakan untuk membuat larutan baku dan larutan kerja dengan cara menambahkan asam nitrat pekat 1,5 mL ke dalam setiap 1 L air suling

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Contoh air dan air limbah ditambahkan asam nitrat kemudian dilanjutkan dengan pemanasan yang bertujuan untuk melarutkan analit perak dan menghilangkan zat-zat pengganggu, selanjutnya diukur serapannya dengan SSA menggunakan gas asetilen-udara.

3.2 Bahan

a) air suling bebas logam;
b) asam nitrat (HNO_3) pekat;
c) larutan standar perak 1000 mg/L;
d) gas asetilin (C_2H_2); dan
e) udara.

3.3 Peralatan

a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA);
b) alat pemanas;
c) corong gelas;
d) labu ukur 100 mL dan 1000 mL;
e) gelas ukur 100 mL;
f) gelas piala 100 mL;
g) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 4,0 mL;
h) pipet ukur 5 mL dan 10 mL;
i) tabung reaksi 50 mL;
j) kaca arloji berdiameter 5 cm;
k) labu semprot;
l) alat penyaring dengan ukuran pori 0,45 µm; dilengkapi dengan *filter holder* dan pompa; dan
m) kertas saring.

3.4 Pengawetan contoh uji perak total

Bila contoh uji tidak dapat segera dianalisis, maka contoh uji diawetkan dengan menambahkan HNO_3 pekat sampai pH kurang dari 2 dengan waktu penyimpanan maksimal 6 bulan.

CATATAN Bila Ag terlarut yang akan dianalisis, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji

a) masukkan 100 mL contoh uji yang sudah dikocok sampai homogen ke dalam gelas piala;
b) tambahkan 5 mL asam nitrat pekat;
c) panaskan sampai larutan contoh uji sampai kurang lebih tinggal 10 mL;
d) pindahkan secara kuantitatif larutan hasil pengerjaan butir c) ke dalam labu ukur 100 mL melalui kertas saring dan tepatkan hingga tanda tera dengan air suling kemudian dihomogenkan.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

3.5.2 Pembuatan larutan baku perak 100 mg/L

a) pipet 10 mL larutan induk perak 1000 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan larutan pengencer hingga tanda tera dan dihomogenkan.

3.5.3 Pembuatan larutan kerja perak

a) pipet 0,0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 4,0 mL larutan baku perak 100 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh konsentrasi kadar perak 0,0 mg/L; 1,0 mg/L; 2,0 mg/L; 3,0 mg/L dan 4,0 mg/L.

3.6 Prosedur kerja dan pembuatan kurva kalibrasi

a) Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.
b) Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 328,1 nm.
c) Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.
d) Lanjutkan dengan pengukuran contoh uji yang sudah dipersiapkan.

3.7 Perhitungan

Kadar perak (mg/L) = C x fp

dengan pengertian:
C adalah kadar yang didapat hasil pengukuran (mg/L);
fp adalah faktor pengenceran.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia *pro analysis* (p.a).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

4.2 Pengendalian mutu

a) Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,97 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
d) Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 5% maka dilakukan pengukuran ketiga.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

a) Analisis CRM
 Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
b) Analisis *blind sample*.
c) kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
d) Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis spike matrik. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
e) Buat *control chart* untuk akurasi analisis.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
5) Rekaman kurva kalibrasi.
6) Nomor contoh uji.
7) Tanggal penerimaan contoh uji.
8) Batas deteksi.
9) Rekaman hasil perhitungan.
10) Hasil pengukuran persen spike matrik dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
11) Kadar analit contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Bibliografi

L. S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 3111A and 3111B, APHA, AWWA and WEF, Washington DC.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id